

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-179335

(43)Date of publication of application : 11.07.1997

---

(51)Int.Cl.

G03G 9/08

G03G 15/20

---

(21)Application number : 07-350509

(71)Applicant : TOMOEGAWA PAPER CO LTD

(22)Date of filing : 22.12.1995

(72)Inventor : KUBOTA HIDEYUKI

---

## (54) ELECTROPHOTOGRAPHIC TONER

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To make a toner fixable at a low fixing temp., to solve practical problem even on anti-offsetting property and to enhance fixing strength to transfer paper by incorporating Fischer-Tropsch wax derived from natural gas into the toner and specifying the melt viscosity of the toner.

**SOLUTION:** This toner contains Fischer-Tropsch wax derived from natural gas and has  $1 \times 10^5$ – $1 \times 10^{10}$ P melt viscosity at 110° C. The Fischer-Tropsch wax is produced by the Fischer-Tropsch method using natural gas as starting material and it is wax hydrocarbon synthesized by catalytically hydrogenating CO and is structurally straight chain paraffin wax having few methyl branches. Satisfactory dispersibility is ensured for the Fischer-Tropsch wax.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-179335

(43) 公開日 平成9年(1997)7月11日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 3 G 9/08			G 0 3 G 9/08	3 6 5
15/20	1 0 2		15/20	1 0 2

審査請求 有 請求項の数 4 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平7-350509

(22) 出願日 平成7年(1995)12月22日

(71) 出願人 000153591

株式会社巴川製紙所

東京都中央区京橋1丁目5番15号

(72) 発明者 久保田 英之

静岡県静岡市用宗巴町3番1号 株式会社  
巴川製紙所化成成品事業部内

(54) 【発明の名称】 電子写真用トナー

(57) 【要約】

【目的】 本発明の目的は、低い定着温度で定着することができ、オフセット性においても実用上ななら問題を発生せず、転写紙への定着強度の優れた電子写真用トナーを提供することにある。

【構成】 天然ガスを原料としてフィッシュヤートロブシユ法で製造されたフィッシュヤートロブシユワックスを含有し、かつトナーの110℃における熔融粘度が $1 \times 10^5 \sim 1 \times 10^6$  poiseである電子写真用トナー。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 天然ガス系フィッシュャートロブシュワックスを含有し、かつトナーの110℃における溶融粘度が $1 \times 10^6 \sim 1 \times 10^8$  poiseであることを特徴とする電子写真用トナー。

【請求項2】 天然ガス系フィッシュャートロブシュワックスのDSCによる融点が85～100℃であることを特徴とする請求項1記載の電子写真用トナー。

【請求項3】 天然ガス系フィッシュャートロブシュワックスの25℃における針入度が2以下であることを特徴とする請求項1記載の電子写真用トナー。

【請求項4】 天然ガス系フィッシュャートロブシュワックスの含有量が、全トナー中1～20重量%であることを特徴とする請求項1記載の電子写真用トナー。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は電子写真用トナーに関し、特に熱ロール定着方式を採用している複写機又はプリンターに用いられる電子写真用トナーに関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、電子写真方式を用いた複写機及びプリンターはその普及が広まるにつれて、家庭への普及、および複写機又はプリンターの多機能化を主な目的とした低エネルギー化（消費電力の削減）、印刷機と複写機との境に位置するいわゆるグレイエリアへの普及を目的とした高速化が望まれ、あるいは機械コストを下げするために熱定着ロールの簡素化を図る、例えば低ロール圧力化が望まれている。また、複写機の高級化にともない両面コピー機能や原稿自動送り装置の搭載された複写機が広く普及されてきたため、複写機及びプリンターに用いられる電子写真用トナーには定着温度が低く、耐オフセット性に優れ、かつ両面コピー時の汚れや原稿自動送り装置における汚れの発生を防止するため、転写紙への定着強度の優れた電子写真用トナーが要求されている。

【0003】従来、下記のように結着樹脂の分子量や分子重量分布を改良することにより、上記要求を満たす試みがなされていた。具体的には、結着樹脂として低分子量を有する樹脂を用い、定着温度を低くしようとする試みがなされていた。しかしながら、低分子量の結着樹脂を使用することによりトナーの融点を低くするという目的を果たすことができたが、同時に溶融粘度も低下し、これにより、熱定着ロールにトナーが付着するという現象、いわゆるオフセット現象が発生するという問題が新たに生じた。このオフセット現象の発生を防ぐため、該結着樹脂の分子量分布の低分子量領域と高分子量領域とを広くしたり、あるいは高分子部分を架橋させたりする方法が行われていた。しかしながら、これらの方法でトナーに低温定着性を十分に持たせるためには、転写紙へのアンカー効果を期待して、結着樹脂のガラス転移温

度を下げざるを得なかった。しかしながら、結着樹脂のガラス転移温度を下げるだけでは、トナーの溶融開始温度が下がってしまい、室温付近でトナーが溶融し始め、保存性が損なわれてしまうという新たな問題が生じていた。また、結着樹脂中の低分子量の樹脂を多く配合すると、トナー自体が脆くなり、機械的な摩擦等で容易に粉砕され易くなり、両面コピー時に転写紙が汚れたり、原稿自動送り装置を汚染するという不都合が生じていた。また、上記オフセット現象を防ぐため低分子量ポリプロピレン等の離型剤を含有させる方法もある。しかしながら、従来市販されている低分子量ポリプロピレンは融点が135～145℃であり、該低分子量ポリプロピレンをトナー中に含有して低い定着温度で定着させた場合は、オフセット現象を防ぐ効果が十分に得られずオフセットが発生し、かつトナーの融点が高くなるため、転写紙への十分な定着強度を得ることができないという問題があった。また、石炭を原料とするフィッシュャートロブシュワックスをトナーに配合することが特開昭61-273554号において公知である。しかしこのようなトナーはオフセット防止には有効であったが、高温雰囲気でのトナーの保存安定性に問題があった。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は低い定着温度で定着することができ、非オフセット性においても実用上なら問題を発生せず、転写紙への定着強度の優れた電子写真用トナーを提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、天然ガス系フィッシュャートロブシュワックスを含有し、かつトナーの110℃における溶融粘度が $1 \times 10^6 \sim 1 \times 10^8$  poiseであることを特徴とする電子写真用トナーである。

【0006】以下、本発明を詳細に説明する。本発明の電子写真用トナーに適用するフィッシュャートロブシュワックスは天然ガスを原料にフィッシュャートロブシュ法により製造されたものであって、一酸化炭素の触媒水素化により合成されたワックス状炭化水素である。そして構造的にはメチル分岐の少ない直鎖状のパラフィン系ワックスである。このような天然ガス系フィッシュャートロブシュワックスとしては、シェル・MDS社製の商品名：FT-100、FT-0030、FT-0050、FT-0070、FT-0165、FT-1155、FT-60S等が上市されている。天然ガス系フィッシュャートロブシュワックスは、示差走査熱量分析計（以下、DSCと略す）による融点が85～100℃であるものが好ましい。融点が85℃より低いものは、トナーの保存安定性に問題が生じやすく、また流動性が悪くなりやすい。一方、100℃より高いとトナーの溶融粘度を下げる効果が少ないためトナーの低温定着性が得られにくくなる。また、天然ガス系フィッシュャートロブシュワック

スは、J I S K - 2 2 3 5 で測定した 2 5 ° C における針入度が 2 以下であることが好ましく、2 より大きいとトナー化の際に流動性が悪くなりやすく、保存安定性及びキャリア粒子等との摩擦帯電性に問題が生じやすい。前記天然ガス系フィッシャートロブシュワックスは結着樹脂との相溶性があまり良くないため大量に使用するとワックスの分散が悪化し、粉碎時にワックス単体の脱離等により耐高温オフセット性、流動性が悪くなりやすいので好ましくない。したがって、全トナー中で 1 ~ 2 0 重量%であることが好ましい。

【0007】また、本発明の電子写真用トナーは、110 ° C における溶融粘度が  $1 \times 10^5 \sim 1 \times 10^6$  poise であることが必要であって、その理由は次の通りである。すなわち、本発明に使用する天然ガス系フィッシャートロブシュワックスは前記のように低融点であるため、従来からポリプロピレンワックス用に使用されている結着樹脂にそのまま使用すると天然ガス系フィッシャートロブシュワックスの分散性が劣る場合がある。これは従来の結着樹脂はポリプロピレンワックスの融点に適した溶融粘度特性を有しており、ポリプロピレンワックスに適した混練温度で混練することで該ワックスの分散性を良好にしていたからである。しかるに本発明に使用する天然ガス系フィッシャートロブシュワックスの使用にあたって従来の溶融粘度特性の結着樹脂では、天然ガス系フィッシャートロブシュワックスとの溶融粘度差が大きく、混練温度を低くするだけではポリプロピレンワックス並みの分散性にはなにくく、低温側非オフセット温度が高くなり、低温定着における定着強度が低いという問題を生じていた。また、混練温度を低くしすぎると結着樹脂の高分子量体の切断を招き、耐高温オフセット性が悪化するという問題を生じていた。そこで発明者は結着樹脂の低分子量体の更なる低分子量化、高分子量体の高分子量化による高分子量比率の低減を試みることで結着樹脂の溶融開始温度を 110 ° C 以下に下げて 110 ° C の溶融粘度が  $1 \times 10^6$  poise 以下の結着樹脂を調整した。そして該樹脂を使用することで天然ガス系フィッシャートロブシュワックスとの溶融粘度差を低減し、かつ従来より低温度で混練することで、電子写真用トナーの 110 ° C における溶融粘度を  $1 \times 10^5 \sim 1 \times 10^6$  poise としたものである。このような電子写真用トナーの 110 ° C における溶融粘度を  $1 \times 10^5 \sim 1 \times 10^6$  poise とすることによって、天然ガス系フィッシャートロブシュワックスの分散性が良好になり非オフセット温度領域を低温側にすることが可能となって低温定着の定着強度が高くなり、かつ耐高温オフセット性を向上させたものである。電子写真用トナーの 110 ° C における溶融粘度が  $1 \times 10^5$  poise より低いと保存安定性の悪化や高温オフセットの発生等の問題を生じ、 $1 \times 10^6$  poise より高いと低温混練ができないため、天然ガス系フィッシャートロブシュワックス

の分散が不良となり流動性の悪化、高温オフセット等が発生する。なお、本発明でいう溶融開始温度及び溶融粘度は島津製作所製のフローテスター CFT-500 を使用し、ダイ 1.0 × 1.0 (mm)、荷重 20 Kg F、予熱 60 ~ 80 ° C、昇温速度 6 ° C/min. で測定したものである。また、本発明でいう DSC による融点は吸収熱量のピーク温度のことであり、セイコー電子工業社 SSC-5200 を用い 20 ~ 150 ° C の間を 10 ° C/分の割合で昇温させ、次に 150 ° C から 20 ° C に急冷させる過程を 2 回繰り返し 2 回目の吸収熱量を測定したものである。

【0008】次に本発明の電子写真用トナーを構成する天然ガスを原料とするフィッシャートロブシュワックス以外の材料、すなわち結着樹脂、着色剤等について説明する。本発明に使用される結着樹脂としては、ポリスチレン樹脂、ポリアクリル酸エステル樹脂、スチレン-アクリル酸エステル共重合体樹脂、スチレン-メタクリル酸エステル共重合体樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、ポリ塩化ビニリデン、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂等が挙げられる。また、着色剤としては、カーボンブラック、ニグロシン染料、アニリンブルー、カルコオイルブルー、クロムイエロー、ウルトラマリンブルー、デュボンオイルレッド、キノリンイエロー、メチレンブルークロライド、フクロシアニンブルー、マラカイトグリーンオキサレートおよびこれらの混合物、その他を挙げることができる。これらの着色剤は、十分な濃度の可視像が形成されるに十分な割合で含有されることが必要であり、通常結着樹脂 100 重量部に対して 1 ~ 20 重量部程度の割合とされる。

【0009】本発明の電子写真用トナーは、前記のごとき天然ガス系フィッシャートロブシュワックス、結着樹脂及び着色剤にその他のトナー成分例えば電荷制御剤、離型剤、磁性体等を適宜分散含有せしめてなる粒子であり、その平均粒子径は 5 ~ 20 μm の範囲である。また、このようにして得られる粒子にシリカ微粉体等よりなる流動性向上剤を添加混合して電子写真用トナーを構成してもよい。本発明の電子写真用トナーは、鉄粉、フェライト、造粒マグネタイト、磁性粉を含有する樹脂微粉末等より成るキャリアと混合されて二成分現像剤あるいはキャリアとの混合をせず、一成分用現像剤として使用されてもよい。

#### 【0010】

【作用】従来電子写真用トナーに使用していたポリプロピレンワックス（融点 135 ~ 145 ° C）は高温耐オフセット性には優れていたが、分子量・融点が高く低温度での定着には不向きであった。そこでトナーの溶融開始温度を下げるため融点が低くシャープな融解挙動を示す低融点ワックスを添加することが提案されていた。低融点ワックスとして従来から知られている石油系パラフィンワックス及びイソパラフィン、ナフテン、芳香族等を

5

含有する低融点マイクロクリスタリンワックスは分子量が低いためトナーとしての保存安定性に問題があった。また、前記石油系パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックスは針入度が5以上と大きいためトナーのように微粉体になると粉体流動性が低下して画像特性に好ましくない影響を与え易かった。本発明に適用する天然ガス系フィッシュヤートロブシュワックスはポリプロピレンワックスに比べて低融点であるため低温定着性に優れ、既存の石油系、石炭系パラフィンワックスに比べて低融点成分が非常に少ないため保存安定性に優れていると同時に針入度が2以下と小さいためトナー化した際に流動性が阻害されず摩擦帯電性等にも何等問題が生じな\*

6

※い、また、石炭から水性ガスを取り出しフィッシュヤートロブシュ法により合成する従来のフィッシュヤートロブシュワックスに比べ、天然ガス系フィッシュヤートロブシュワックスは熱定着ロールへのオフセット防止とトナーの保存安定性を同時に満足するのみでなく、天然ガスを原料としているためトナーを安価に供給できる利点を有する。

【0011】

【実施例】以下、実施例に基づき本発明を説明する。な

10 お、実施例において部とは重量部を示す。

実施例1

— スチレン—アクリル酸エステル共重合体樹脂

92部

(モノマー組成 スチレン/ブチルアクリレート、 $M_n: 4.0 \times 10^3$  $M_w: 20.5 \times 10^4$ 、溶融開始温度 $107^\circ\text{C}$ 、 $110^\circ\text{C}$ における溶融粘度 $9 \times 10^5 \text{ poise}$ )

クロム含金属染料

1.5部

(オリエント化学工業社製 商品名: ポントロンS-34)

カーボンブラック

7.5部

(三菱化学社製 商品名: MA-100)

天然ガス系フィッシュヤートロブシュワックス

8部

(シェル・MDS社製 商品名: FT-100、融点 $92^\circ\text{C}$ 、針入度1)

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合し、二軸混練機で熱溶融混練後(設定温度 $105^\circ\text{C}$ )、ジェットミルで粉碎し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が $10 \mu\text{m}$ の粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シリカ(キャボット社製 商品名: キャボシルTS-530)0.3部とをヘンシェルミキサ※

※一内で1分間攪拌し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ本発明の電子写真用トナーを得た。このトナーの $110^\circ\text{C}$ における溶融粘度は $9 \times 10^5 \text{ poise}$ であった。

【0012】実施例2

— スチレン—アクリル酸エステル共重合体樹脂

92部

(モノマー組成 スチレン/ブチルアクリレート、 $M_n: 3.6 \times 10^3$  $M_w: 19.3 \times 10^4$ 、溶融開始温度 $103^\circ\text{C}$ 、 $110^\circ\text{C}$ における溶融粘度 $7 \times 10^5 \text{ poise}$ )

クロム含金属染料

1.5部

(オリエント化学工業社製 商品名: ポントロンS-34)

カーボンブラック

7.5部

(三菱化学社製 商品名: MA-100)

天然ガス系フィッシュヤートロブシュワックス

8部

(シェル・MDS社製 商品名: FT-100、融点 $92^\circ\text{C}$ 、針入度1)

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合し、二軸混練機で熱溶融混練後(設定温度 $100^\circ\text{C}$ )、40 ジェットミルで粉碎し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が $10 \mu\text{m}$ の粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シリカ(キャボット社製 商品名: キャボシルTS-530)0.3部とをヘンシェルミキサ

一内で1分間攪拌し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ本発明の電子写真用トナーを得た。このトナーの $110^\circ\text{C}$ における溶融粘度は $7 \times 10^5 \text{ poise}$ であった。

【0013】実施例3

7	スチレン-アクリル酸エステル共重合体樹脂 (モノマー組成 スチレン/ブチルアクリレート、 $M_n: 3.4 \times 10^3$ $M_w: 18.1 \times 10^4$ 、溶融開始温度 $100^\circ\text{C}$ 、 $110^\circ\text{C}$ における溶融粘度 $6 \times 10^5 \text{ poise}$ )	8	92部
	クロム含金属染料 (オリエント化学工業社製 商品名: ポントロンS-34)		1.5部
	カーボンブラック (三菱化学社製 商品名: MA-100)		7.5部
	天然ガス系フィッシュアトロブシュワックス (シェル・MDS社製 商品名: FT-100、融点 $92^\circ\text{C}$ 、針入度1)		8部

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合し、二軸混練機で熱溶融混練後(設定温度 $100^\circ\text{C}$ )、ジェットミルで粉碎し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が $10 \mu\text{m}$ の粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シリカ(キャボット社製 商品名: キャボシルTS-530)0.3部とをヘンシェルミキサー

\*内で1分間攪拌し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ本発明の電子写真用トナーを得た。このトナーの $110^\circ\text{C}$ における溶融粘度は $6 \times 10^5 \text{ poise}$ であった。  
【0014】実施例4

実施例3のスチレン-アクリル酸エステル共重合体樹脂	85部
クロム含金属染料 (オリエント化学工業社製 商品名: ポントロンS-34)	1.5部
カーボンブラック (三菱化学社製 商品名: MA-100)	7.5部
天然ガス系フィッシュアトロブシュワックス (シェル・MDS社製 商品名: FT-100、融点 $92^\circ\text{C}$ 、針入度1)	15部

上記の配合比からなる原料をスーパーミキサーで混合し、二軸混練機で熱溶融混練後(設定温度 $100^\circ\text{C}$ )、ジェットミルで粉碎し、その後乾式気流分級機で分級して平均粒子径が $10 \mu\text{m}$ の粒子を得た。そして、該粒子100部と疎水性シリカ(キャボット社製 商品名: キャボシルTS-530)0.3部とをヘンシェルミキサー内で1分間攪拌し、該粒子の表面に疎水性シリカを付着させ本発明の電子写真用トナーを得た。このトナーの $110^\circ\text{C}$ における溶融粘度は $6 \times 10^5 \text{ poise}$ であった。

#### 【0015】比較例1

実施例1において、スチレン-アクリル酸エステル共重合体樹脂の代わりに溶融開始温度が $117^\circ\text{C}$ 、 $120^\circ\text{C}$ における溶融粘度が $7 \times 10^5 \text{ poise}$ ( $110^\circ\text{C}$ では溶融粘度が測定不可)のスチレン-アクリル酸エステル共重合体樹脂(三井東圧化学社製 商品名: CPR-100)92部を使用した以外は同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。このトナーの $120^\circ\text{C}$ における溶融粘度は $6 \times 10^5 \text{ poise}$ であった。

#### 【0016】比較例2

実施例4において、スチレン-アクリル酸エステル共重合体樹脂の代わりに溶融開始温度が $117^\circ\text{C}$ 、 $120^\circ\text{C}$ における溶融粘度が $7 \times 10^5 \text{ poise}$ ( $110^\circ\text{C}$ では溶融粘度が測定不可)のスチレン-アクリル酸エステル共重合体樹脂(三井東圧化学社製 商品名: CPR-100)85部を使用した以外は同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。このトナーの $120^\circ\text{C}$ における

溶融粘度は $6 \times 10^5 \text{ poise}$ であった。

#### 【0017】比較例3

実施例1において、スチレン-アクリル酸エステル共重合体樹脂の代わりに溶融開始温度が $117^\circ\text{C}$ 、 $120^\circ\text{C}$ における溶融粘度が $7 \times 10^5 \text{ poise}$ ( $110^\circ\text{C}$ では溶融粘度が測定不可)のスチレン-アクリル酸エステル共重合体樹脂(三井東圧化学社製 商品名: CPR-100)92部を使用し、かつ天然ガス系フィッシュアトロブシュワックスの代わりにポリプロピレンワックス(三洋化成工業社製 商品名: ビスコール550P 融点 $145^\circ\text{C}$ )8部を使用し、熱溶融混練設定温度を $130^\circ\text{C}$ とした以外は同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。このトナーの $110^\circ\text{C}$ における溶融粘度は $7 \times 10^5 \text{ poise}$ であった。

#### 【0018】比較例4

実施例3において、天然ガス系フィッシュアトロブシュワックスの代わりにポリプロピレンワックス(三洋化成工業社製 商品名: ビスコール550P、融点 $145^\circ\text{C}$ )8部を使用した以外は、同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。このトナーの $110^\circ\text{C}$ における溶融粘度は $6 \times 10^5 \text{ poise}$ であった。

#### 【0019】比較例5

実施例3において、天然ガス系フィッシュアトロブシュワックスの代わりにポリエチレンワックス(ヘキスト社製 商品名: PE-190、融点 $132^\circ\text{C}$ 、針入度1)8部を使用した以外は同様にして比較用の電子写真用トナーを得た。このトナーの $110^\circ\text{C}$ における溶融粘度は

6×10<sup>4</sup> p o i s eであった。

【0020】次に前記実施例及び比較例で得られた各電子写真用トナーについて下記の項目の試験をおこなった。

(1) 非オフセット温度領域及び非オフセット温度幅  
まず、各電子写真用トナー4部とノンコートフェライトキャリア（パウダーテック社製 商品名：F L - 1 0 2 0）96部とを混合して二成分系現像剤を作製した。次に該現像剤を使用して市販の複写機（シャープ社製 商品名：S F - 9 8 0 0）によりA4の転写紙に縦2 c m、横5 c mの帯状の未定着画像を複数作製した。ついで、表層がテフロンで形成された熱定着ロールと、表層がシリコーンゴムで形成された圧力定着ロールが対になって回転する定着機をロール圧力が1 K g / c m<sup>2</sup>及びロールスピードが5 0 m m / s e cになるように調節し、該熱定着ロールの表面温度を段階的に変化させて、各表面温度において上記未定着画像を有した転写紙のトナー像の定着をおこなった。この時余白部分にトナー汚れが生じるか否かの観察をおこない、汚れが生じない温度領域を非オフセット温度領域とした。また、非オフセ\*20

\*ット温度領域の最大値と最小値の差を非オフセット温度幅とした。

#### 【0021】(2) 定着強度

前記定着機の熱定着ロールの表面温度を130℃に設定し、前記未定着画像が形成された転写紙のトナー像の定着をおこなった。そして、形成された定着画像の画像濃度を反射濃度計（マクバス社製、商品名：R D - 9 1 4）を使用して測定した後、該定着画像に対して綿パッドによる摺擦を施し、ついで同様にして画像濃度を測定した。得られた測定値から下記式によって定着強度を算出し低エネルギー定着性の指標とした。

定着強度(%) = (摺擦後の定着画像の画像濃度 / 摺擦前の定着画像の画像濃度) × 100

#### (3) 流動性

トナーの流動性を表す指標としてJ I S K 5 1 0 1 に準じて見掛け密度を測定した。上記項目の試験結果を表1に示す。

#### 【0022】

【表1】

	非オフセット 温度領域 (℃)	非オフセット 温度幅 (℃)	定着強度 (%)	流動性 (g / c m <sup>3</sup> )
実施例1	115～200	85	80	0.36
実施例2	115～200	85	84	0.36
実施例3	110～190	80	89	0.36
実施例4	110～190	80	93	0.35
比較例1	130～180	50	48	0.34
比較例2	130～170	40	47	0.32
比較例3	130～200	70	45	0.36
比較例4	120～190	70	77	0.31
比較例5	120～190	70	79	0.31

【0023】表1の試験結果から明らかなように、本発明の電子写真用トナーの非オフセット温度領域は低温度から高温度までオフセットが発生せず、その温度幅も80～85℃という実用上十分な範囲を維持していることが確認された。また、定着温度130℃における定着強度が80%以上あり実用上十分な定着強度を有するため、自動原稿送り装置等にも実用上問題がないことが確認された。これに対して、比較例1、2、3は低温度側非オフセット温度が高いうえに定着温度130℃における定着強度が50%以下という低いものであった。さらに比較例1及び比較例2は非オフセット温度上限が180℃以下と低く、非オフセット温度幅も50℃以下という狭い範囲であった。また、比較例4、5は非オフセット温度幅及び定着強度共に実施例よりも劣るものであった。また、比較例2、4、5は見掛け密度が低くて、電子写真用トナー中のワックス分散が良好でないため流動性が劣ることが確認された。

【0024】また、前項(1)における実施例の各現像剤を使用して市販の複写機（東芝社製 商品名：B D - 50

3801）で10000枚までの連続コピー試験をおこなった結果、実施例1～実施例4の全てにおいて、摩擦帯電量が初期から10000枚までの間を-25μc / g から-28μc / g の値で推移し、画像濃度も初期から10000枚までの間を1.38から1.41までの値を推移し、カブリも少なく実用上問題のないことが確認された。これに対して比較例2、4、5は初期からハケスジ、後端欠けの画像欠陥が確認されたため、連続コピー試験は省略した。なお、連続コピーした原稿は黒色部が6%のA4のものであり、摩擦帯電量は東芝ケミカル社製のブローオフ摩擦帯電量測定装置を使用し、画像濃度及びカブリはマクバス社製の反射濃度計R D - 9 1 4を使用した。なお、上記実施例1～4における連続コピー試験の結果を表2に示した。また、実施例1～4の電子写真用トナー20gを容積150ccのポリエチレン製ボトルに入れ、50℃の恒温槽で24時間保管し、その後、室温に放冷後、トナーをボトルから取り出し状態を観察した結果、何等異常は観察されず、保存安定性についても問題がないことが確認された。



【0025】

\* \* 【表2】

	画像濃度		カブリ		摩擦帯電量( $\mu\text{c/g}$ )	
	初期	10000枚	初期	10000枚	初期	10000枚
実施例1	1.41	1.39	0.41	0.53	-25.4	-26.8
実施例2	1.40	1.39	0.38	0.48	-25.8	-27.2
実施例3	1.38	1.40	0.45	0.55	-26.4	-27.5
実施例4	1.40	1.41	0.40	0.51	-26.0	-27.0

【0026】

【発明の効果】本発明の電子写真用トナーは、十分なオフセット温度領域を維持し低い温度で定着することができ、かつ定着強度に優れていると共に十分な画像濃度を多数枚得ることができるという効果を奏する。したがって

※つて、本発明の電子写真用トナーを複写機あるいはプリンター等に適用した場合、消費電力が削減することができ、低ロール圧力化による機械コストの低減、複写速度の高速化等の効果を奏する。

【手続補正書】

【提出日】平成8年6月26日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】変更

【補正内容】

【0010】

【作用】従来電子写真用トナーに使用していたポリプロピレンワックス（融点135～145℃）は高温耐オフセット性には優れていたが、分子量・融点が高く低温での定着には不向きであった。そこでトナーの溶融開始温度を下げるため融点が低くシャープな融解挙動を示す低融点ワックスを添加することが提案されていた。低融点ワックスとして従来から知られている石油系パラフィンワックス及びイソパラフィン、ナフテン、芳香族等を含有する低融点マイクロクリスタリンワックスは分子量が低いいためトナーとしての保存安定性に問題があった。また、前記石油系パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックスは針入度が5以上と大きいためトナーのように微粉体になると粉体流動性が低下して画像特性に好ましくない影響を与え易かった。本発明に適用する天然ガス系フィッシュアトロブシュワックスはポリプロピレンワックスに比べて低融点であるため低温定着性に優れ、既存の石油系パラフィンワックスに比べて低融点成分が非常に少ないため保存安定性に優れていると同時に針入度が2以下と小さいためトナー化した際に流動性が阻害されず摩擦帯電性等にも何等問題が生じない。また、石炭から水性ガスを取り出しフィッシュアトロブシュワックスに比べ、天然ガス系フィッシュアトロブシュワックスは熱定着ロールへのオフセット防止とトナーの保

存安定性を同時に満足するのみでなく、天然ガスを原料としているためトナーを安価に供給できる利点を有する。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正内容】

【0024】また、前項（1）における実施例の各現像剤を使用して市販の複写機（東芝社製 商品名：BD-3810）で10000枚までの連続コピー試験をおこなった結果、実施例1～実施例4の全てにおいて、摩擦帯電量が初期から10000枚までの間を $-25\mu\text{c/g}$ から $-28\mu\text{c/g}$ の値で推移し、画像濃度も初期から10000枚までの間を1.38から1.41までの値を推移し、カブリも少なく実用上問題のないことが確認された。これに対して比較例2、4、5は初期からハケスジ、後端欠けの画像欠陥が確認されたため、連続コピー試験は省略した。なお、連続コピーした原稿は黒色部が6%のA4のものであり、摩擦帯電量は東芝ケミカル社製のブローオフ摩擦帯電量測定装置TB-200を使用し、画像濃度はマクベス社製の反射濃度計RD-914を、カブリは日本電色社色差計Z-1001DPを使用した。なお、上記実施例1～4における連続コピー試験の結果を表2に示した。また、実施例1～4の電子写真用トナー20gを容積150ccのポリエチレン製ボトルに入れ、50℃の恒温槽で24時間保管し、その後、室温に放冷後、トナーをボトルから取り出し状態を観察した結果、何等異常は観察されず、保存安定性についても問題がないことが確認された。